

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

S. Ichinohe  
Filed Jan. 8, 2004  
10/752,501  
BSKB, WP  
(703) 205-8000  
Docket # 4710-010SP  
3 of 3

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年12月16日

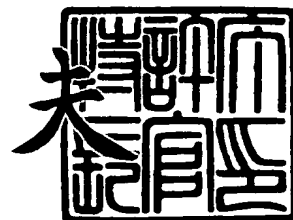
出願番号  
Application Number: 特願2003-417667  
[ST. 10/C]: [JP2003-417667]

出願人  
Applicant(s): 信越化学工業株式会社

2004年 1月13日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3110778

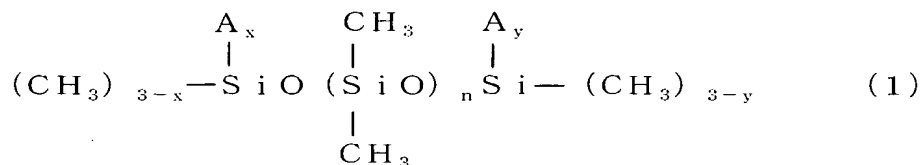
【書類名】 特許願  
【整理番号】 SHIN0305  
【提出日】 平成15年12月16日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【発明者】  
    【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見 1 番地 1 0 信越化学工業株式会社  
                        社 シリコン電子材料技術研究所内  
                        一戸 省二  
    【氏名】  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000002060  
    【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100085545  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 松井 光夫  
【先の出願に基づく優先権主張】  
    【出願番号】 特願2003- 2708  
    【出願日】 平成15年 1月 9日  
【先の出願に基づく優先権主張】  
    【出願番号】 特願2003-368427  
    【出願日】 平成15年10月29日  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 014616  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 0305745

## 【書類名】 特許請求の範囲

## 【請求項 1】

下記一般式で表される末端変性ポリエーテルシリコーン (1) であって、ポリエーテルシリコーン (1) のシリコーン鎖に結合されていないポリエーテルの、H-NMRの測定により求められる重量割合が、該ポリエーテルの重量とポリエーテルシリコーン (1) 中のシリコーン鎖に結合されているポリエーテル部分の重量との合計に対して 8 % 以下であることを特徴とする高純度ポリエーテルシリコーン。

## 【化 1】



(但し、A はポリエーテル残基であり、n は 0 ~ 3 の整数であり、x は 0 又は 1, y は 0 又は 1 であり、 $1 \leq x + y$  である。)

## 【請求項 2】

A の少なくとも 1 つが  $-\text{C}_a\text{H}_{2a}\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_b\text{R}$  (a は 3 又は 4、b = 1 ~ 3 の整数、R は  $\text{CH}_3$  基または  $\text{C}_2\text{H}_5$  基である) である請求項 1 に記載の高純度ポリエーテルシリコーン。

## 【請求項 3】

A の少なくとも 1 つが  $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_c\text{R}$  (c = 1 ~ 6 の整数、R は  $\text{CH}_3$  基または  $\text{C}_2\text{H}_5$  基である) である請求項 1 に記載の高純度ポリエーテルシリコーン。

## 【請求項 4】

25℃における粘度が  $1 \sim 20 \text{ mm}^2/\text{s}$  である請求項 1 乃至 3 の何れか 1 項に記載の高純度ポリエーテルシリコーン。

## 【請求項 5】

メタリル基、ブテニル基もしくはアリル基を片末端に有するポリエーテルと、少なくとも 1 の末端にヒドロシリル基を有するハイドロジェンシリコーンとを貴金属触媒下で反応させることにより得られる請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項記載の高純度ポリエーテルシリコーン。

## 【請求項 6】

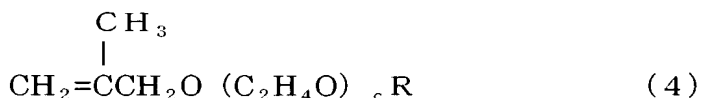
請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項記載の高純度ポリエーテルシリコーンを含む、電解液用溶媒。

## 【請求項 7】

不飽和結合を片末端に有するポリエーテルとハイドロジェンシリコーンとを貴金属触媒下で反応させることによりポリエーテルシリコーンを調製する方法において、前記ポリエーテルとして下記式 (3) 及び/又は (4) で表されるポリエーテルを用い、前記ハイドロジェンシリコーンと反応させた後に、減圧蒸留に付することによって、H-NMRの測定により求められる、原料ポリエーテル重量に対する未反応ポリエーテルの重量割合を 8 % 以下にすることを特徴とする方法。



(a は 3 又は 4、b = 1 ~ 3 の整数、R は  $\text{CH}_3$  基または  $\text{C}_2\text{H}_5$  基である)



(c = 1 ~ 6 の整数、R は  $\text{CH}_3$  基または  $\text{C}_2\text{H}_5$  基である)

## 【書類名】明細書

【発明の名称】高純度ポリエーテルシリコーン

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、電解質の溶媒として使用されたときに高イオン伝導性の電解液を与え、かつ、低引火点の不純物が少ない、高純度ポリエーテルシリコーン及びその製法に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

電解液用の非水溶媒は、各種の電池に用いられている。例えば、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート等が知られている。この中でジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、プロピレンカーボネートなどは室温で液状であり、特にジメチルカーボネート、ジエチルカーボネートは、その引火点がそれぞれ17℃、46℃と低く、安全性に問題があった。これら低引火点のカーボネート類よりも安全性の高い溶媒として、ポリエーテルシリコーンがある。例えば、シリコーン末端がトリメチルシリル基でキャップされたポリエーテルシリコーンが開示されている（特許文献1）。しかし、該ポリエーテルシリコーンを、電解液溶媒として使用した電解液の伝導性については、さらなる改良が求められていた。

## 【0003】

【特許文献1】特開2001-110455公報（特許請求の範囲）

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0004】

以上のことから、不純物ポリエーテル含有量が少なく、高イオン伝導性の電解液を与えるポリエーテルシリコーンが求められていた。

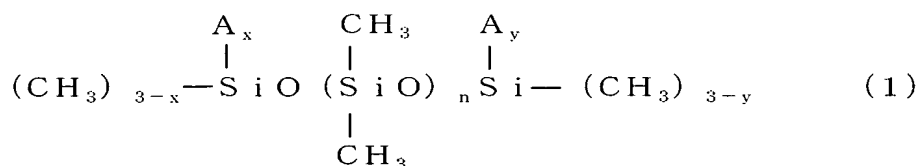
## 【課題を解決するための手段】

## 【0005】

本発明者は、鋭意研究を行った結果、下記一般式で表される末端変性ポリエーテルシリコーン（1）であって、ポリエーテルシリコーン（1）のシリコーン鎖に結合されていないポリエーテルの、H-NMRの測定により求められる重量割合が、該ポリエーテルの重量と、ポリエーテルシリコーン（1）のシリコーン鎖に結合されているポリエーテル部分の重量との合計に対して8%以下であることを特徴とする高純度ポリエーテルシリコーンを使用することによって、上記課題を解決できることを見出した。

## 【0006】

## 【化1】



（但し、Aはポリエーテル残基であり、nは0～3の整数であり、xは0又は1、yは0又は1であり、1 ≤ x + yである。）

## 【0007】

上記本発明の好ましい態様は下記のとおりである。

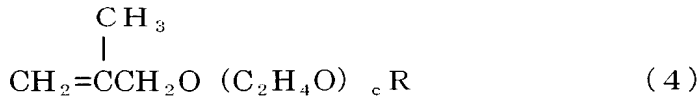
Aが $-\text{C}_a\text{H}_{2a}\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_b\text{R}$ （aは3又は4、b=1～3の整数、Rは $\text{CH}_3$ 基または $\text{C}_2\text{H}_5$ 基である。）及び／又は $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_c\text{R}$ （c=1～6の整数、Rは $\text{CH}_3$ または $\text{C}_2\text{H}_5$ 基である）である、上記高純度ポリエーテルシリコーン。

25℃における粘度が1～20 mm<sup>2</sup>/sである上記高純度ポリエーテルシリコーン。

また、本発明は、上記高純度ポリエーテルシリコーンを含む、電解液用溶媒をも提供する。  
 さらに、本発明は、不飽和結合を片末端に有するポリエーテルとヒドロジェンシリコーンとを貴金属触媒下で反応させることによりポリエーテルシリコーンを調製する方法において、前記ポリエーテルとして下記式(3)及び／又は(4)で表されるポリエーテルを用い、前記ヒドロジェンシリコーンと反応させた後に、減圧蒸留に付することによって、H-NMRの測定により求められる、原料ポリエーテル重量に対する未反応ポリエーテルの重量割合を8%以下にすることを特徴とする方法にも関する。



(aは3又は4、b=1～3の整数、RはCH<sub>3</sub>基またはC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>基である)



(c=1～6の整数、RはCH<sub>3</sub>またはC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>基である)

#### 【発明の効果】

##### 【0008】

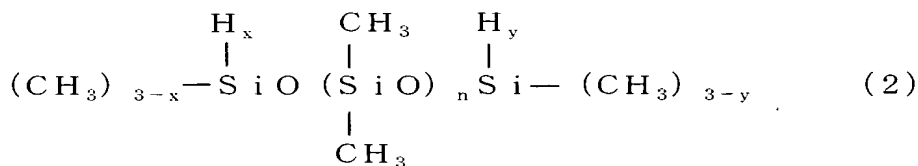
上記本発明のポリエーテルシリコーンを用いれば、従来のポリエーテルシリコーンと比べて、伝導性の高い電解液を得ることができる。また、本発明のポリエーテルシリコーンは、低引火点の不純物量が低く、安全性も高い。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

##### 【0009】

以下、本発明について詳細に説明する。本発明のポリエーテルシリコーンは、シリコーン鎖の末端にポリエーテル鎖を有することが特徴である。本発明のポリエーテルシリコーンは、末端がトリメチルシリル基でキャップされ、ポリエーテルを側鎖として有する前記従来のポリエーテルシリコーンに比べて、伝導性の高い電解液を与えることが見出された。斯かる本発明のポリエーテルシリコーンは、分子の少なくとも1の末端にヒドロシリル基を有するヒドロジェンジメチルポリシロキサンと、片末端に二重結合を有するポリエーテルとを反応させることによって調製することができる。該ヒドロジェンジメチルポリシロキサンは下記一般式(2)で表されるものが例示される。

#### 【化2】



但し、nは0～3の整数であり、xは0又は1、yは0又は1であり、1≤x+yである。

##### 【0010】

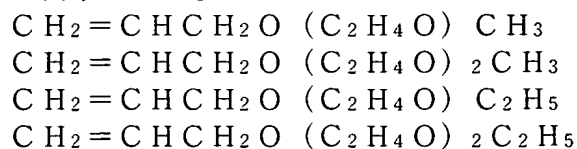
末端に二重結合を有するポリエーテルとしては、以下の式(3)のものが例示される。



ここで、aは3又は4、好ましくは3であり、b=1～3の整数、好ましくは1または2であり、RはCH<sub>3</sub>基またはC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>基である。

##### 【0011】

かかる片末端に二重結合を有する低沸点ポリエーテルとしては、具体的には下記のものが例示される。



## 【0012】

ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) と、ポリエーテル (3) との反応は、溶剤存在下、若しくは無溶剤で実施される。触媒は、塩化白金酸から誘導される白金触媒が好適に使用される。反応は、ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) を反応容器に仕込み、触媒と片末端に二重結合を有するポリエーテル (3) との混合物を滴下する事によって、又は、触媒と片末端に二重結合を有するポリエーテル (3) との混合物を反応容器に仕込み、ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) を滴下する事によって行うことが好適である。ポリエーテルの酸化を抑制する為に、反応は窒素気流中で行うことが好ましい。

## 【0013】

また、ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) は沸点が100℃以下のものが多いので、ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) を滴下する場合の反応容器内の温度は100℃以下として揮散を防止することが好ましい。滴下終了後、反応容器内の温度を最高120℃までに昇温し、該温度でさらに数時間反応させることによって、反応を完結させる。

## 【0014】

反応の際の、ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) 中のSiH基に対する、ポリエーテル (3) の不飽和基のモル比 ( $V_i/SiH$ ) は0.5~1.2、好ましくは0.6~0.9である。好ましくは、該モル比を1未満 ( $V_i/SiH < 1$ ) で反応させた後に、過剰の低沸点ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) と未反応のポリエーテルを減圧蒸留によりストリップする。これによって、ポリエーテルシリコン中の未反応のポリエーテル量が最小に抑えられて、高純度で安全性の高いポリエーテルシリコンを得ることができる。

## 【0015】

ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) と末端に $CH_2=CHCH_2$ 基を有するポリエーテルとを $V_i/SiH = 1$ の条件で反応させた場合、ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) と結合しないポリエーテルが、原料ポリエーテル重量の約15重量%程度にもなることが分かった。これは、例えばアリル基、即ち、2-プロペニル基の2,3二重結合が、1,2二重結合に転移し、生成された1-プロペニル基がハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) と付加反応しないためであると考えられる。末端が1-プロペニル基のポリエーテルの引火点は、ポリエーテルシリコンの引火点よりも低いので、該末端が1-プロペニル基のポリエーテルが残存すると、安全性を低下させ得、好ましくない。

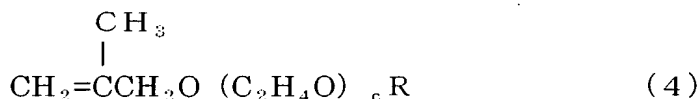
## 【0016】

本発明では、式 (3) で表されるポリエーテルを用いることによって上記問題を解決する。即ち、式 (3) において、aが3または4、好ましくは3であり、Rがメチル基又はエチル基であり、且つ、bが3以下、好ましくは1または2、であるものを使用すれば、ポリシロキサンと結合しなかったポリエーテルを減圧蒸留により効果的に除去することができる。これによって、該未結合ポリエーテルの重量割合を、原料ポリエーテル総重量、即ち、該未結合ポリエーテルの重量と、得られるポリエーテルシリコン中のシリコン鎖に結合されているポリエーテル部分の重量の合計、に対して8%以下、好ましくは6%以下、より好ましくは5%以下にできることが見出された。本発明においてポリエーテルシリコンのシリコン鎖に結合されていないポリエーテル (以下、「フリーポリエーテル」という場合がある) の重量割合は、H-NMR及びキャピラリガスクロマトグラ法により測定し、その方法の詳細は後述する。なお、該重量割合の下限値は、出来る限り0に近いことが好ましいが、式 (3) のポリエーテルを用いた工業的規模の生産においては、H-NMRにおける検出限界値、約1%、程度である。

## 【0017】

本発明のポリエーテルシリコンは、上記ハイドロジェンジメチルポリシロキサン (2) と、以下の式 (4) で表されるポリエーテルを反応させることによって調製することができる。

## 【化3】

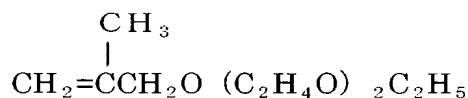
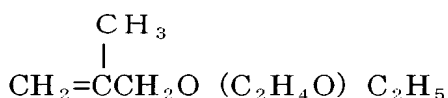
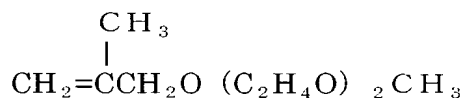
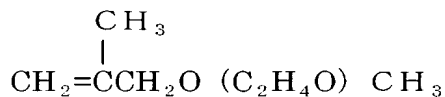


但し、 $c = 1 \sim 6$  の整数、 $\text{R}$  は  $\text{CH}_3$  または  $\text{C}_2\text{H}_5$  基である。

## 【0018】

かかる片末端に二重結合を有する低沸点ポリエーテルとしては、下記のものが例示される。

## 【化4】



## 【0019】

ハイドロジェンジメチルポリシロキサン(2)と上記式(4)で表されるポリエーテルとの反応は、上記したハイドロジェンジメチルポリシロキサン(2)と、式(3)で表されるポリエーテルとを反応させる場合と同様の条件にて行うことができる。式(4)において、 $c$  が  $1 \sim 3$  のポリエーテルは、未反応ポリエーテルを減圧ストリップによって容易に除去出来るので、(2)に対し過剰モル比で使用することが好ましい。

## 【0020】

式(4)で表されるポリエーテルをハイドロジェンジメチルポリシロキサン(2)とを  $\text{Vi/SiH} = 1$  で反応させた場合には、該未反応ポリエーテルの重量の割合を、原料ポリエーテル総重量の8%以下、好ましくは5%以下、より好ましくは4%以下、最も好ましくは、 $^1\text{H-NMR}$ の検出限界以下、約100ppm程度、とすることが可能であることが見出された。

## 【0021】

上記式(3)及び(4)のポリエーテルは、単独でも混合物としても使用することができる。純度の高いポリエーテルシリコーンをより容易に得る為には、式(4)で表されるメタリル末端ポリエーテルを多く使用することが好ましい。

## 【0022】

本発明のポリエーテルシリコーンは、シリコーン末端がポリエーテルにより変性されており、シリコーンの側鎖がポリエーテル変性されている従来のシリコーンと比べて、伝導性の高い電解液を与えることが見出された。本発明のポリエーテルシリコーンは、単独でも電解液溶媒として使用することができるが、電解質の種類、溶解度に応じて、他の公知の溶媒、例えばエチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、好ましくはエチレンカーボネートと組合わせて使用することが好ましい。

## 【0023】

また、本ポリエーテルシリコーンは  $25^\circ\text{C}$  における粘度が  $1 \sim 20 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、好ましくは  $2 \sim 15 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、より好ましくは  $4 \sim 102 \sim 15 \text{ mm}^2/\text{s}$  である。粘度が低いものの方が、若干高いイオン伝導度を与える傾向があることが見出された。なお、本発明において、粘度は減圧蒸留によっても除去不可能であるポリエーテルを含むポリエーテルシリコーンを測定した値である。

## 【0024】

[実施例]

以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明は以下の実施例により限定されるものではない。以下において、Vi/SiHは、ヒドロジェンジメチルポリシロキサン中のSiHに対する、ポリエーテルの不飽和基のモル比を表す。

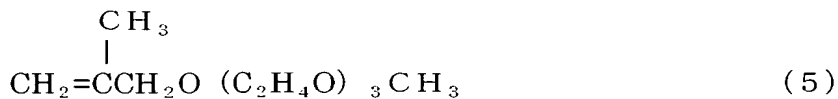
【実施例 1】

【0025】

Vi/SiH = 1/1.2 で反応を行った。

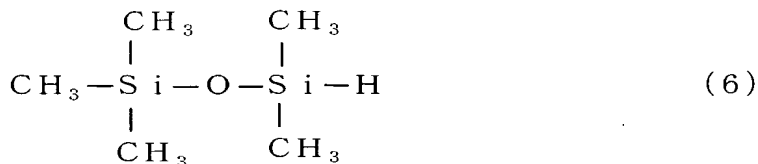
下記式 (5) で示される構造のポリエーテル 218 g (1 モル) と、塩化白金酸の 0.5 % トルエン溶液 0.5 g をフラスコに量り取り、窒素気流中で 70℃ に加熱した。

【化 5】



下記式 (6) で表されるペンタメチルジシロキサン (b.p. 85℃) 178 g (1.2 モル) を、70℃ で 30 分かけて滴下した。この時、フラスコ内の温度は 90℃ まで上昇した。引き続き 110℃ まで加熱して、110℃ で 3 時間反応させた。

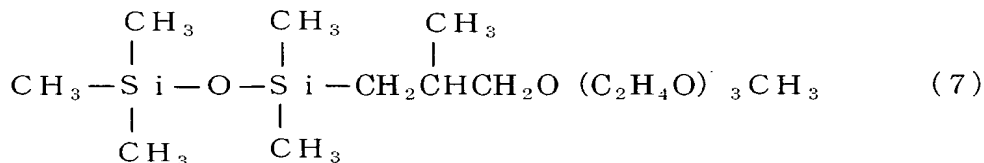
【化 6】



【0026】

得られた反応液を、減圧 (約 10 mmHg 程度) 蒸留に付し、下記式 (7) で表されるポリエーテルシリコン A を 340 g 得た。

【化 7】



【実施例 2】

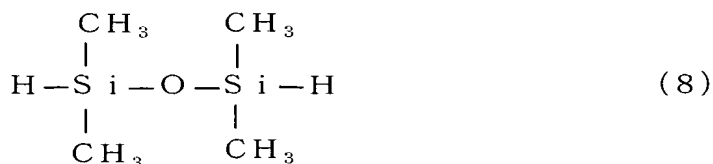
【0027】

Vi/SiH = 1/0.94 で反応を行った。

実施例 1 で使用したのと同じ式 (5) で示される構造のポリエーテル 218 g (1 モル) と、塩化白金酸の 0.5 % トルエン溶液 0.5 g をフラスコに量り取り、窒素気流中で 70℃ に加熱した。

下記式 (8) で表されるテトラメチルジシロキサン (b.p. 71℃) 63 g (0.47 モル) を、70℃ で 30 分かけて滴下した。この時、フラスコ内の温度は 95℃ まで上昇した。引き続き 110℃ まで加熱して、110℃ で 3 時間反応させた。

【化 8】

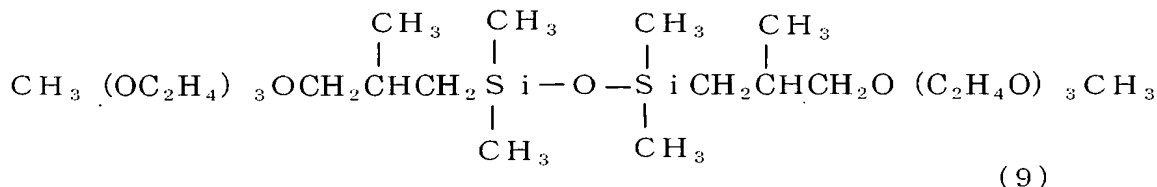


【0028】

得られた反応液を減圧蒸留に付し、下記式 (9) で表されるポリエーテルシリコン B を 260 g 得た。



## 【化 9】



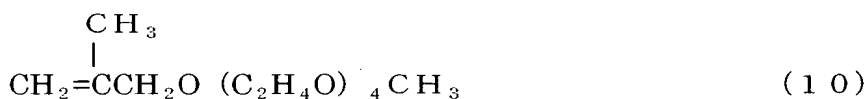
## 【実施例 3】

## 【0029】

Vi/SiH = 1/1.2 で反応を行った。

下記式 (10) で示される構造のポリエーテル 262 g (1 モル) と、塩化白金酸の 0.5 % トルエン溶液 0.5 g をフラスコに量り取り、窒素気流中で 70℃ に加熱した。

## 【化 10】

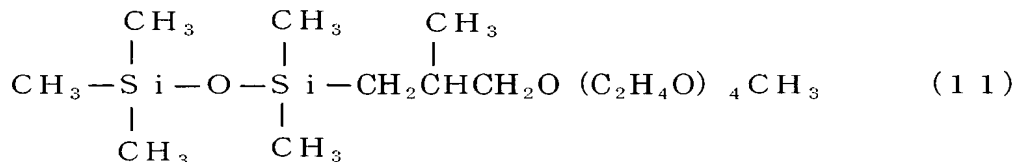


実施例 1 で使用したのと同じ式 (6) で示されるペンタメチルジシロキサン (b.p. 85℃) 178 g (1.2 モル) を、70℃ で 30 分かけて滴下した。この時、フラスコ内の温度は 90℃ まで上昇した。引き続き 110℃ まで加熱して、110℃ で 3 時間反応させた。

## 【0030】

得られた反応液を減圧蒸留に付し、下記式 (11) で表されるポリエーテルシリコン C を 370 g 得た。

## 【化 11】



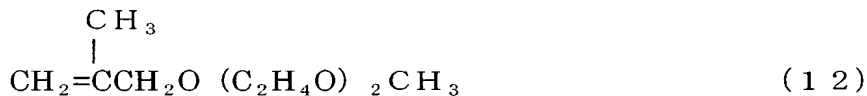
## 【実施例 4】

## 【0031】

Vi/SiH = 1/0.8 で反応を行った。

下記式 (12) で表される構造のポリエーテル (b.p. 205℃) 174 g (1 モル) と塩化白金酸の 0.5 % トルエン溶液 0.5 g をフラスコに量り取り、窒素気流中で 70℃ に加熱した。

## 【化 12】

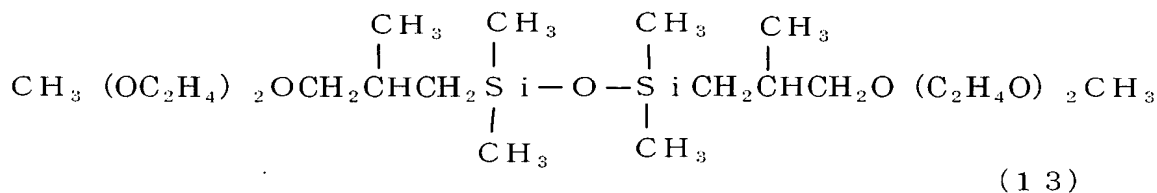


実施例 2 で使用したのと同じ式 (8) で示されるテトラメチルジシロキサン (b.p. 71℃) 54 g (0.40 モル) を、70℃ で、30 分かけて滴下した。この時、フラスコ内の温度は 100℃ まで上昇した。引き続き 110℃ まで加熱し、110℃ で 3 時間反応させた。

## 【0032】

得られた反応液を減圧蒸留に付し、下記式 (13) で表されるポリエーテルシリコン D を 180 g 得た。

## 【化13】



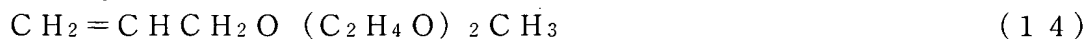
(13)

## 【実施例5】

## 【0033】

Vi/SiH = 1/0.8で反応を行った。

下記式(14)で表される構造のポリエーテル (b.p. 200℃) 160g (1モル) と塩化白金酸0.5%トルエン溶液0.5gをフラスコに量り取り、窒素気流中で70℃に加熱した。

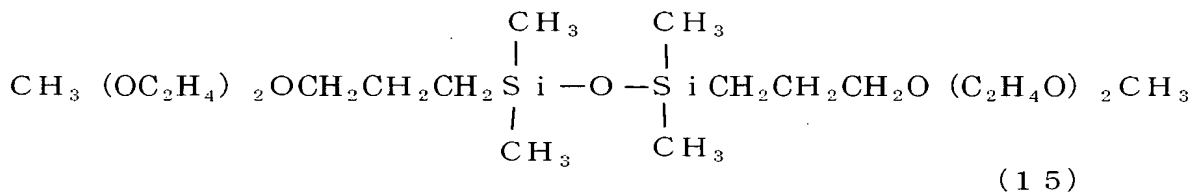


実施例2で使用したのと同じ式(8)で示されるテトラメチルジシロキサン (b.p. 71℃) 54g (0.40モル) を、70℃で、30分かけて滴下した。この時、内温は100℃まで上昇した。引き続き110℃まで加熱し、110℃で3時間熟成を行い、反応を完結させた。

## 【0034】

得られた反応液を減圧蒸留に付し、下記式(15)で表されるポリエーテルシリコーンEを160g得た。

## 【化14】



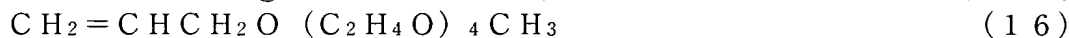
(15)

## 【0035】

## [参考例1]

Vi/SiH = 1/0.94で反応させた後、ポリエーテルを約0.1モル追加して反応させた。

下記式(16)で表される構造のポリエーテル204g (1モル) と塩化白金酸0.5%トルエン溶液0.5gをフラスコに量り取り、窒素気流中で70℃に加熱した。

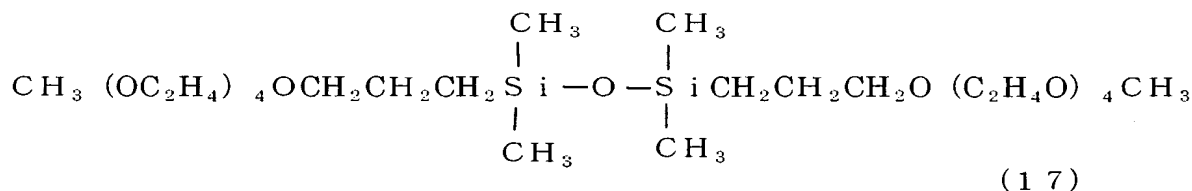


実施例2で使用したのと同じ式(8)で示されるテトラメチルジシロキサン (b.p. 71℃) 63g (0.47モル) を、70℃で、30分かけて滴下した。この時、フラスコ内の温度は95℃まで上昇した。引き続き110℃まで加熱して、110℃で3時間で反応させた後、上記ポリエーテルを19g追加して、さらに110℃で3時間反応を行った。

## 【0036】

得られた反応液を減圧蒸留に付し、下記式(17)で表されるポリエーテルシリコーンEを260g得た。

## 【化15】



(17)

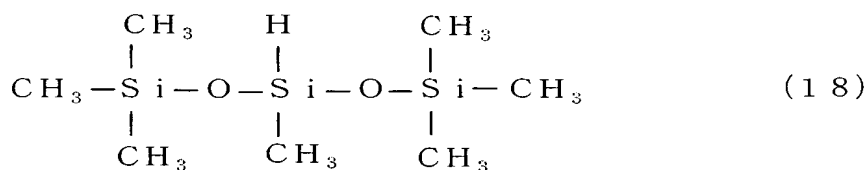
## 【0037】

## [比較例1]

Vi/SiH = 1/1.2 で反応を行った。

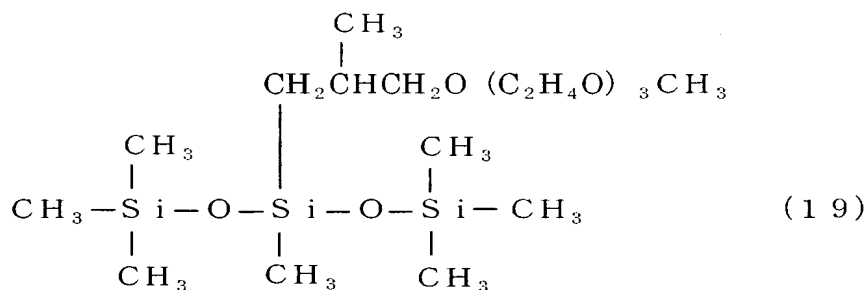
実施例1で使用したペンタメチルジシロキサンに替えて、下記式(18)で表されるヘプタメチルトリシロキサン (b.p. 141℃) を 266 g (1.2 モル) 使用した以外は実施例1と同様にして下記式(19)で表されるポリエーテルシリコンGを 420 g 得た。

## 【化16】



## 【0038】

## 【化17】



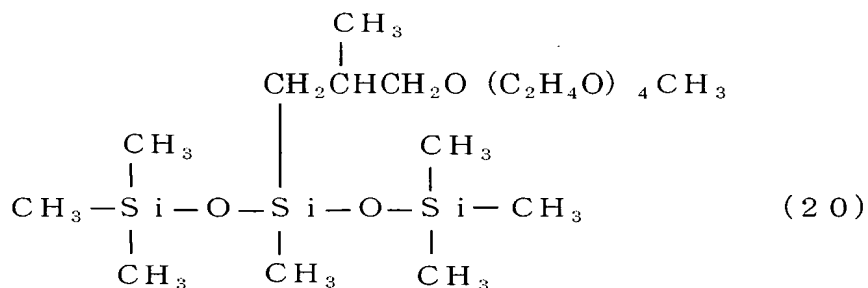
## 【0039】

## [比較例2]

Vi/SiH = 1/1.2 で反応を行った。

実施例3のペンタメチルジシロキサンに替えて、比較例1で使用したのと同じ式(18)で示されるヘプタメチルトリシロキサン (b.p. 141℃) を 266 g (1.2 モル) 使用した以外は実施例3と同様にして下記式(20)で表されるポリエーテルシリコンHを 450 g 得た。

## 【化18】



## 【0040】

上記実施例、参考例及び比較例で得られたポリエーテルシリコンの物性は表1の通りであった。

【表 1】

ポリエーテルシリコン物性一覧表

ポリエーテル シリコン	粘度 (25℃)	屈折率 (25℃)	揮発分*2 (105℃×3Hr)	フリーポリ エーテル*3
A	4.9	1.4298	2.2%	5%
B	9.7	1.4441	3.0%	6%
C	7.2	1.4330	2.2%	4%
D	8.7	1.4420	0.2%	0%
E	8.2	1.4425	0.1%	0%
F*1	9.4	1.4298	8.9%	15%
G	6.3	1.4285	1.9%	5%
H	9.5	1.4305	2.2%	6%

## 【0041】

\*1 フリーポリエーテル量と揮発分とはほぼ比例関係が見られた。ポリエーテルシリコンFの揮発分が多いのは、フリーポリエーテルが多いためである。

\*2 揮発分は、50mlビーカーに得られたポリエーテルシリコンを2g秤量し、熱風循環乾燥器内で105℃×3Hr保持し、室温まで冷却した後重量を測定して、減じた割合を求めた。

\*3 フリーポリエーテル量は、得られたポリエーテルシリコンの<sup>1</sup>H-NMRスペクトルの中の不飽和結合に基づくプロトンシグナルの強度から、計算した。また、フリーポリエーテルが「0」であるものは、<sup>1</sup>H-NMR法の検出限界値未満であったことを示す。これらのものを、さらにキャピラリガスクロマトグラフ法により分析したところ（検出器FID）、ポリエーテルの検出限界、約100ppm、未満であった。

## 【実施例6】

## 【0042】

エチレンカーボネート（EC）と上記実施例及び比較例で得られたポリエーテルシリコンA～E及びG、Hを、下記表2で示す体積比5：5もしくは8：2の割合で混合して、得られた混合液1リットルに対して、LiPF<sub>6</sub>を152g（1モル）溶解して、電解液を調製した。伝導度計を用いて、該電解液の20℃でのイオン伝導度（mS/cm）を測定した結果を表2に示す。

## 【0043】

【表 2】

番号	E C	ポリエーテルシリコーン							イオン 伝導度
		A	B	C	D	E	G	H	
1	5	5	—	—	—	—	—	—	4. 3
2	5	—	5	—	—	—	—	—	4. 2
3	5	—	—	5	—	—	—	—	4. 2
4	5	—	—	—	5	—	—	—	4. 3
5	5	—	—	—	—	5	—	—	4. 3
6	5	—	—	—	—	—	5	—	3. 8
7	5	—	—	—	—	—	—	5	3. 9
8	8	2	—	—	—	—	—	—	6. 8
9	8	—	2	—	—	—	—	—	6. 5
10	8	—	—	2	—	—	—	—	6. 7
11	8	—	—	—	2	—	—	—	6. 9
12	8	—	—	—	—	2	—	—	7. 0
13	8	—	—	—	—	—	2	—	6. 0
14	8	—	—	—	—	—	—	2	6. 1

## 【産業上の利用可能性】

## 【0044】

表 2 から分かるように、本発明のポリエーテルシリコーンを用いれば、従来のポリエーテルシリコーンに比べて、伝導度の高い電解液を得ることができる。また、低引火点の不純物ポリエーテル量が少ないので、安全性が高い。

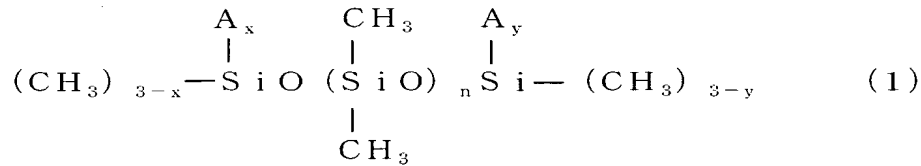
## 【書類名】 要約書

## 【要約】

【課題】 伝導度の高い電解液を与え、且つ、安全性が高いポリエーテルシリコーンを提供する。

【解決手段】 下記一般式で表される末端変性ポリエーテルシリコーン（１）であって、ポリエーテルシリコーン（１）のシリコーン鎖に結合されていないポリエーテルの、H-NMRの測定により求められる重量割合が、前記ポリエーテルの重量と、ポリエーテルシリコーン（１）中のシリコーン鎖に結合されているポリエーテル部分の重量との合計に対して８％以下であることを特徴とする高純度ポリエーテルシリコーン。

## 【化１】



（但し、Aはポリエーテル残基であり、nは0～3の整数であり、xは0又は1，yは0又は1であり、 $1 \leq x + y$ である。）

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 4 1 7 6 6 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 2 0 6 0 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 2 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

氏 名 信越化学工業株式会社